

## Секция 2. Технологии наноматериалов и материалов нового поколения

технологии - перспективные разработки», г. Москва 28-29 ноября 2013 г. – Москва. – 2013.

4. Ким Е.Т., Абдульменова Е.В., Лямина Г.В. Электрохимическое изучение свойств патины // Международный научно-исследовательский журнал. – 2013. – № 10. – С. 42–43.

**ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ  
СТРУКТУРЫ, СФОРМИРОВАННОЙ В СТАЛИ 06МБФ ПРИ КРУЧЕНИИ НА  
НАКОВАЛЬНЯХ БРИДЖМЕНА**

*В.С. Кошовкина<sup>1</sup>, магистрант гр. 0БМ41*

*Е.Г. Астафурова<sup>2</sup>, д.ф.-м.н., доцент,*

*Г.Г. Майер<sup>2</sup>, к.ф.-м.н.*

<sup>1</sup>*Томский политехнический университет, 634050, г.Томск, пр.Ленина, 30,*

<sup>2</sup>*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634055, г.Томск,*

*пр. Академический, 2/4,*

*тел. (3822)-286-961*

E-mail: [koshovkina\\_vs@mail.ru](mailto:koshovkina_vs@mail.ru)

Создание новых и модификация структуры известных материалов с целью получения специальных свойств является актуальной задачей физического материаловедения. Один из возможных путей получения таких материалов – формирование в них ультрамелкозернистых (УМЗ) состояний методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [1-2]. Отличительной особенностью таких структур является малый размер кристаллитов (зерен, субзерен) и высокая объемная доля границ структурных элементов. Ключевой задачей в исследовании УМЗ состояний является изучение их термической стабильности, так как они обладают большой запасенной энергией, и процессы рекристаллизации в них начинаются при температурах  $\sim 0.3 T_{пл}$  [3] ( $T_{пл}$  - абсолютная температура плавления материала), что на  $0.1-0.2 T_{пл}$  ниже, чем в крупнокристаллических материалах. Цель данной работы – исследовать границы термической стабильности ультрамелкозернистой структуры, сформированной методом кручения под давлением, и микротвердости в стали 06МБФ.

В качестве объекта исследования была выбрана низкоуглеродистая сталь 06МБФ (0,09 С, 0,32 Si, 0,63 Mn, 0,007 P, 0,004 S, 0,79 Cr, 0,20 Ni, 0,16 Cu, 0,08 Mo, 0,03 Al, 0,03 Ti, 0,03 Nb, 0,06 V, в мас. %) после закалки при 920°C (30 мин.). Деформацию проводили кручением под давлением на наковальнях Бриджмена при  $T=20^\circ\text{C}$  под давлением 6 ГПа на пять полных оборотов. После КГД получали диски диаметром 10 мм и толщиной 0,18 мм. После деформации сталь подвергали часовым отжигам в интервале температур 400÷700°C.

Исследования структуры проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа Technai G2 FEI и растрового электронного микроскопа Quanta 200 3D с использованием метода анализа картин дифракции обратнорассеянных электронов

(EBSD-анализ). Средний размер структурных элементов определяли методом секущих по электронно-микроскопическим изображениям.

Рентгеновские исследования выполняли на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 с использованием  $\text{Cu K}\alpha$  излучения. Расчет микроискажений кристаллической решетки и размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) осуществляли методом аппроксимации.

Измерения микротвердости проводили по методу Виккерса с использованием микротвердомера Duramin 5 при нагрузке на индентор 200 г., время нагружения 10 сек. Среднее значение микротвердости вычисляли по измерениям, проведенным на середине радиуса диска.

Исследование исходной структуры стали 06МБФ показало, что закалка приводит к формированию структуры, имеющей морфологию пакетного мартенсита со средней толщиной пластин 0,37 мкм и скалярной плотностью дислокаций –  $2,4 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . Кручение под давлением (КГД) приводит к формированию в стали 06МБФ ультрамелкозернистого (УМЗ) состояния со средним размером элементов структуры  $98 \pm 72 \text{ нм}$  (рис. 1 а, б). Характер распределения рефлексов по кольцу на микродифракционной картине свидетельствует о присутствии высокоугловых разориентировок между структурными элементами, а азимутальные размытия – о наличии малоугловых разориентировок и высоком уровне внутренних напряжений в зернах и субзернах после КГД (рис. 1 а, вклейка). После КГД на микродифракционных картинах также наблюдали сплошные диффузные кольца, свидетельствующие о наличии мелкоразмерных частиц в структуре.

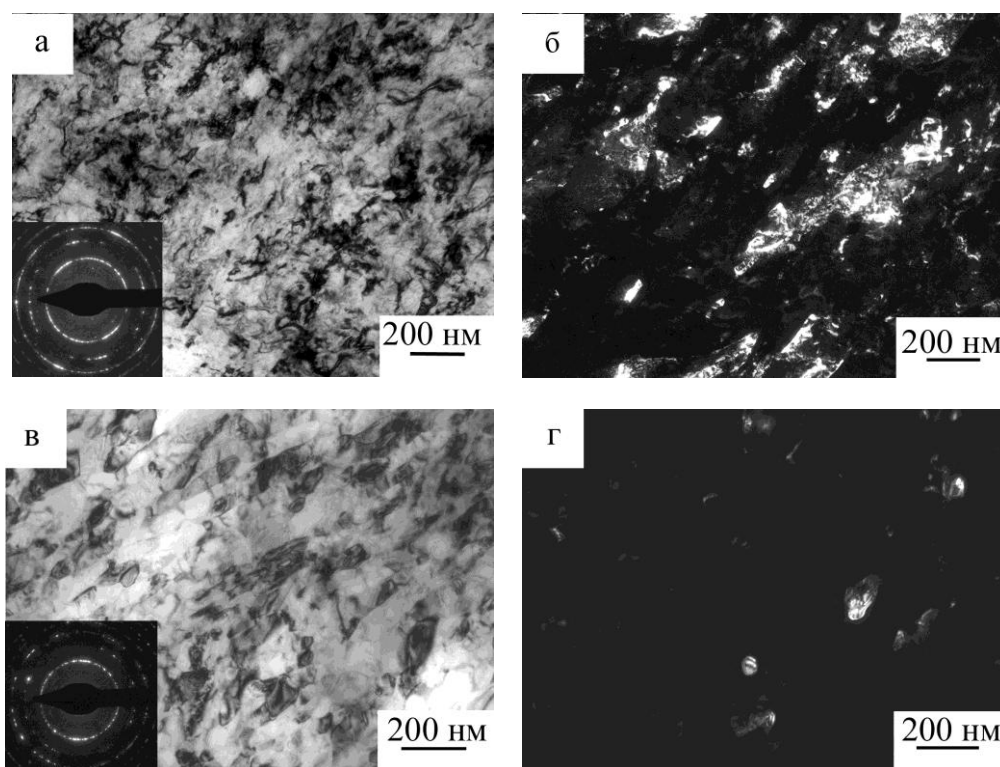


Рис.1. Электронно-микроскопические изображения структуры стали 06МБФ после КГД (а, б) и отжига 400°C (в, г): а, в) светлопольные изображения и микродифракционные картины; б, г) темнопольные изображения к (а, в), полученное в рефлекс  $\alpha\text{-Fe}$  (микродифракционные картины сняты с участка фольги площадью  $S=0,95 \text{ мкм}^2$ ).

Отжиг при температуре 400°C не приводит к значительному росту элементов структуры, по-прежнему, наблюдаются диффузные кольца, указывающие на присутствие мелкоразмерных карбидов (рис.1 в, г). Средний размер (суб)зерна, определенный по темнопольным электронно-микроскопическим изображениям, составляет  $85 \pm 53$  нм. После отжига при 500°C средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры возрастает до  $148 \pm 90$  нм (рис. 2 а, б). После отжигов при 600°C и 700°C структура стали трансформируется в мелкокристаллическую с размером зерна до  $0,93 \pm 0,41$  мкм (рис. 2 в) и  $5,4 \pm 4,1$  мкм (рис. 2 г) соответственно. Наряду с ростом элементов зеренно-субзеренной структуры наблюдали увеличение размеров карбидов.

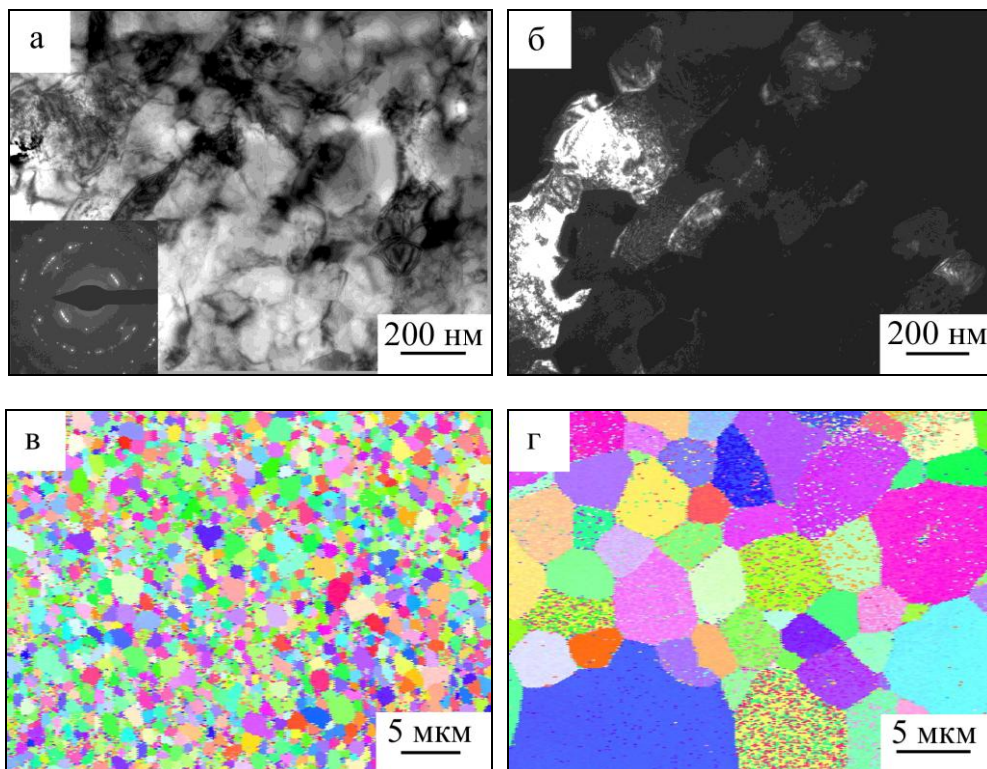


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения (а, б) и EBSD-карты зеренной структуры (в, г) стали 06МБФ после КГД и отжига при 500 (а, б), при 600 (в) и при 700°C (г): а) светлопольное изображение и микродифракционная картина; б) темнопольное изображение к (а), полученное в рефлексе  $\alpha$ -Fe (микродифракционная картина снята с участка фольги площадью  $S=0,95$  мкм<sup>2</sup>).

Исследования стали 06МБФ методом рентгеноструктурного анализа, показало, что после КГД происходит уменьшение интенсивности и уширение рентгеновских линий. Область когерентного рассеяния (ОКР) уменьшается при КГД до 25 нм. Значения микродеформации кристаллической решетки  $\Delta d/d$  при КГД исследуемой стали, напротив, увеличиваются на порядок от  $\sim 10^{-4}$  в исходном состоянии до  $\sim 10^{-3}$  после КГД, что свидетельствует о росте внутренних напряжениях в структуре после КГД. Отжики приводят к релаксации структуры, уменьшению величины уширения рентгеновских линий, к росту ОКР (43 нм после отжига 400°C, 70 нм - при 500°C, более 200 нм после отжигов при 600°C и 700°C), спаду значений микродеформации

кристаллической решетки (до  $1,6 \times 10^{-3}$  после отжига при  $400^\circ\text{C}$ , до  $1,6 \times 10^{-4}$  - при  $500^\circ\text{C}$ , до  $0,8 \times 10^{-4}$  – при  $600^\circ\text{C}$  и до  $0,3 \times 10^{-4}$  – при  $700^\circ\text{C}$ ). Плотность дислокаций снизилось на порядок от  $\sim 10^{11}$  после КГД до  $\sim 10^{10}$  после отжигов.

Изучение микротвердости стали показало, что кручение приводит к повышению средних значений микротвердости в сравнении с исходным состоянием: от 3,2 ГПа до 7,7 ГПа (рис. 3). Степень неоднородности распределения микротвердости по диаметру образца составляет  $H_{\mu}(\text{край})/H_{\mu}(\text{центр})=1,2$ . После отжига при температуре  $400^\circ\text{C}$  происходит незначительное понижение значение микротвердости до 7,6 ГПа. Последующее увеличение температуры отжига до  $500^\circ\text{C}$  сопровождается спадом значений микротвердости до 5,2 ГПа. А после отжигов  $600^\circ\text{C}$  и  $700^\circ\text{C}$  значение микротвердости снижаются от 2,6 ГПа до 0,93 ГПа (рис. 3).

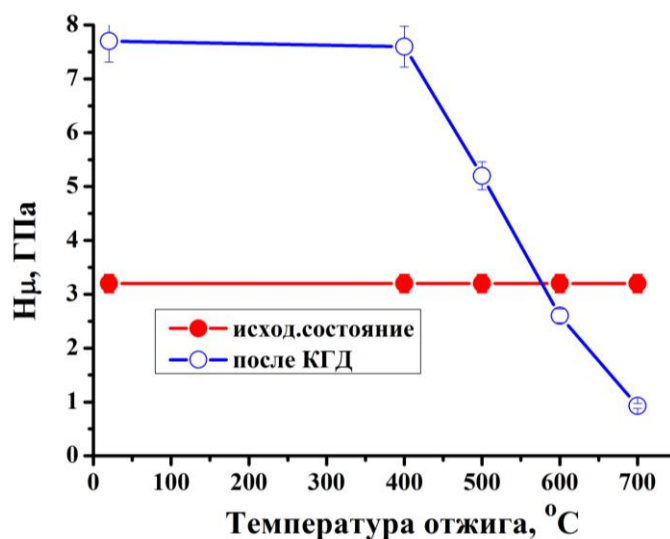


Рис. 3. Зависимость значений микротвердости стали 06МБФ в исходном состоянии и после КГД от температуры отжига.

Таким образом, исследование стали 06МБФ, после кручения под давлением и последующих отжигов показало, что ультрамелкозернистая структура со средним размером структурных элементов 98 нм и высокими значениями микротвердости ( $H_{\mu}=7,6$  ГПа) термически стабильна до температуры отжига  $400^\circ\text{C}$ . Высокая термическая стабильность сформированной при КГД структуры в стали 06МБФ обусловлена, в первую очередь, упрочнением мелкоразмерными карбидами.

*Авторы выражают благодарность профессору Добаткину С.В., д.т.н. Одесскому П.Д., д.ф.-м.н Найденину Е.В. за помощь в организации исследований. Исследования проведены с использованием оборудования Новосибирского государственного технического университета.*

#### Список литературы:

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М.: Логос, 2000. – 272 с.

2. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications// Progress in Materials Science. – 2008. – V. 53. – P. 893–979.

3. Дегтярев М.В., Воронова Л.М., Чашухина Т.И. Рост зерна при отжиге армко-железа с ультрадисперсной структурой различного типа, созданной деформацией сдвигом под давлением// Физика металлов и металловедение. – 2005. – Т.99. – №3. – С.58–68.

### **ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ АЭРОЗОЛЕЙ ХЛОРИДОВ НАТРИЯ И КАЛИЯ ПРИ ГОРЕНИИ В ОГРАНИЧЕННОЙ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ**

*А.С. Крайнов, аспирант,*

*Н.А. Частухина, студент гр.1-ММТ-5м,*

*А.Р.Самборук, д.т.н.*

*«Самарский государственный технический университет, 443100, г.Самара, ул.*

*Молодогвардейская, 244,*

*тел. (846)-278-44-00*

*E-mail: anreys@inbox.ru*

Существует и широко применяется способ лечения легочных заболеваний хлоридами натрия и калия. Поваренная соль (NaCl) – отличный антисептик. Микроорганизмы не выживают в соленой среде.

Хлориды натрия и калия широко используются для лечебных целей. Известно терапевтическое воздействие воздуха соляных пещер, на основе их целебного воздействия разработаны три метода лечения: спелеотерапия, галотерапия и сильвинитотерапия.

Поэтому важно разработать рецептуры биологически активных аэрозолей, генерирующих наноразмерный свежееобразованный сухой аэрозоль, содержащий хлориды натрия и калия, обладающие высокой биологической активностью, в том числе на клеточном и межклеточном уровнях.

Относительное использование сухого или влажного аэрозоля хлорида натрия в настоящее время имеются серьезные аргументы о преимуществах аэрозольного применения именно сухого высокодисперсного аэрозоля хлорида натрия [1].

Сухой аэрозоль образуется в газогенераторе путем мощного механического воздействия на кристаллы соли, его частицы приобретают высокую поверхностную энергию и отрицательный электрический заряд. Капельно-жидкие аэрозоли хлорида натрия электронейтральны. Благодаря физико-химическим свойствам, сухой аэрозоль имеет большую проникающую способность и более эффективно осаждается в дыхательных путях по сравнению с влажным аэрозолем. Это позволяет эффективно использовать сухой аэрозоль в очень малых дозах [2].

В данной статье представлены результаты исследования рецептур для получения сухих биологически активных аэрозолей хлоридов натрия и калия путем сжигания аэрозолеобразующих составов.